

## IMPROVEMENT OF SEPARATION OF A LIQUID MANURE INTO A SOLID AND A FILTRATE

This invention refers to the matter of treating the animal excrement produced in off-ground stockbreeding operations and, in particular, of liquid manures.

This is an improvement on the treatment of manures produced in large amounts by intensive stockbreeding facilities, in particular those of pigs and ducks, whose removal constitutes an even more concerning problem insofar as nearby farmland is no longer able to receive this as fertiliser without any serious risk of contamination for the environment.

Liquid manures consist of solid matter and fermentable colloids suspended in a diluted water solution of mineral salts and organic compounds whose treatment advantageously involves, in a first stage, the separation of the solid phase from the liquid fraction. Diverse filtration materials have been used for this purpose, mostly band filters or pressure filters. One of this last category is the Ecoliz® system, a semi-continuous filtration device whose operation and manufacturing principles have been described in French patent applications published with numbers FR-A-2718054 and FR-A-2765034, its main features being summed up below:

A facility implementing the Ecoliz® system includes (see Figure 1):

- A homogenisation tank (1) supplied with raw liquid manure to be treated from the storage tanks (7) of the stockbreeding operation,
- A flocculation reactor (2) and its auxiliary equipment,
- A filtration-compression chamber (3).

The filtration cakes are removed (3) and taken to a covered storage zone for natural drying and/or composting before being taken out of the stockbreeding zone. The filtrate is stored in one or several ponds (6) for later use in fertilisation irrigation of farmland located nearby the stockbreeding operation.

flocculated liquid manure is subjected to a slight compression between two pistons equipped with filtration cloths; a removal set-up in which the filtration cake is removed and the filtered parts are cleaned by scraping. The details of this device are stated in document FR-A-2755034.

Taking into account the presence of colloidal materials in larger or smaller amounts depending on the source, the degree of ageing of the liquid manure and the fineness of most of the solid particles, a flocculation pre-treatment is vital for increasing the average size and speed of sedimentation of the suspended particles during the liquid phase and thus facilitating separation of the phases during the filtration stage.

In the most unfavourable cases, in particular when the material is a fresh liquid manure without liquefying agents and with a sufficient proportion of solid fibrous materials, adding a flocculating agent based on polyacrylamides of an average or low cationicity and an average molecular weight proves to be sufficient to obtain a good quality flocculation favourable for filtration.

On the other hand, in cases of directly processing liquid manures from stockbreeding operations whose conditions vary (for example: maternity / post-weaning / fattening stages in pig rearing; the age of the birds and time of year for duck rearing), and/or added liquefying agents (intended to favour disintegration and digestion by micro-organisms of the coarse particles in order to avoid their decantation in stockbreeding shed pits) and/or stored in more or less controlled conditions and for longer or shorter times, this type of treatment continues to be necessary but proves insufficient to ensure proper filtration. Indeed, the low quantity of solid materials of coarse granulometry and consequently, the high proportion of colloidal materials found in liquid manures which have undergone this type of treatment do not allow good quality flocs to be obtained only with this medium, which entails on one hand the formation of a sticky filtration cake that is difficult to drain by mechanical compression and on the other hand, a filtrate with a high colloidal material content.

The applicant has stressed that the adverse consequences for productivity of the filtration stage meant by the great variability of the physical-chemical characteristics of the

- Adding ferric chloride to the raw manure from the stockbreeding shed pits as this is supplied into the homogenisation tank;
- Semi-continuous mixing of cationic organic flocculant to the liquid manure to which ferric chloride has been added in a pre-flocculation tank fitted between the homogenisation tank and the flocculation reactor;

Intermittent pouring of the content of the pre-flocculation tank into the flocculation reactor fitted with a device which allows controlled proportions of fibrous materials to be mixed in and homogeneous mixing in of the pre-flocculated manure content and of the fibrous materials added to the mixture mass in the flocculation process.

The ferric chloride acts as a coagulant. It can be used in the form of a water solution, with from 0.2 to 0.25 %  $\text{Cl}_3\text{Fe}$  in respect of the liquid manure, preferably in a water solution in a rough proportion of 600 g per litre, that is roughly 1.5 to 3 litres of solution per cubic metre of raw liquid manure to be treated. Other mineral coagulants have been tried, including the products customarily used for preparing sludges, aluminium sulphate, ferric chlorosulphate, aluminium chloride and polychlorides. These products all have a less interesting cost-efficiency ratio than ferric chloride, which is easily the one preferred.

Insofar as organic flocculants are concerned, the best results were obtained using acrylamide copolymers with an average cationicity and an average molecular weight, for example those of the ZETAG® range, marketed by the company Allied Colloids. These are copolymers of acrylamide and of a (meth)acryloilalkylammonium salt, the cationicity of the copolymers being expressed by the pondered proportion of (meth)acryloilalkylammonium in the copolymer. In the field of this invention, average molecular weight is understood to mean copolymers with a molecular mass of 5 to  $20 \cdot 10^6$  daltons and average cationicity of one of 26 to 45%.

The flocculant is added in the form of a dilute water solution, for example from 0.2 to 0.5%, at a rate of roughly 200 - 400 g of active material per cubic metre of liquid manure to be treated.

The mixing of liquid manure with added ferric chloride and flocculant solution is achieved by means of a device fitted in the homogenisation tank, the pre-flocculation tank and the flocculation reactor, which allows the controlled proportions of the various materials to be mixed in and homogeneous mixing in of the pre-flocculated manure content and of the fibrous materials added to the mixture mass in the flocculation process.

three-bladed propeller type system. In the treatment of waters, this type of addition tends to be done by means of direct injection of the flocculant solution in the supply line. With liquid manure, this practice inevitably leads to the obstruction of conduits. The content of the pre-flocculation tank is abruptly discharged into the flocculation reactor in which, after a short homogenisation time, fibrous material is poured in the form of fine rain.

Insofar as the fibrous material introduced with preflocculated liquid manure in the flocculation reactor is concerned, shredded straw can be used or wheat grain husks or maize stover. The most satisfactory results are obtained with wood sawdust, with a granulometry between 100 and 500  $\mu\text{m}$ , at a rate of 10 to 30 kg of sawdust per cubic metre of liquid manure.

In the event of any temporary shortage of wood sawdust, the facility can be run by supplying the flocculation tank by recycling part of the solid material leaving the filtration-compression chamber. This is a short-term solution, as the filters are clogged after a few dozen operating cycles.

The flocculation reactor is fitted with an agitator whose function is to ensure an even distribution of the reagents, without mechanically destroying the flocs that are forming, or inserting air into the mixture. The means of agitation at this level is an important factor in the procedure as a good structuring of the flocs is needed for operation of the compression filtration cell without clogging. The preferred embodiment is a shaft fitted with several three-bladed propeller systems (Figure 2) and driven at a slow rotation speed of around half a turn to one turn per second. It also has the advantage of allowing thorough incorporation of the sawdust into the mixture in spite of its very low apparent density.

The amount of sawdust to be used is adjusted to match the dry material content of the manure. It has been seen in most cases that the propensity of the liquid manure to flocculation and filtration could be predicted by comparison with an index equal to the ratio of its coarse dry material MSG, retained in the 100  $\mu\text{m}$  screen, with the dry extract or total dry material MST. The MGT/MST scale shown below is a purely qualitative indicator.

25%	Good to bad
10%	Bad to none

It is surprising that this behaviour is almost independent of the dry material rate: a liquid manure which flocculates properly continues to flocculate after a simple dilution. But this also explains why a simple correction through the addition of fibrous material is industrially inapplicable since the MSG/MST index varies continuously on a stockbreeding operation depending on the diet of the animals, their age and the time of year.

This is a type of synergic effect displayed by application of the invention's three control factors, ferric chloride, organic flocculant and fibrous material (in practice wood sawdust), whose effect is to put the facility in stable and sound operating conditions.

The homogenisation tank, the pre-flocculation tank, the flocculation reactor and the filtration-compression chamber are supplied by means of proportioning pumps running in sequenced operation. The capacities and flows allow the following stay times to be obtained:

- over 30 minutes for coagulation by ferric chloride in the homogenisation tank
- from 2 to 3 minutes in the pre-flocculation tank, the first 30 seconds with agitation
- from 20 to 25 minutes in the flocculation reactor

The following examples will be of use for understanding the invention better. They deal with the separation of pig liquid manure but they can also be applied to duck manure and in general to any other liquid manure of comparable consistency, of mammals or fowl, with no restriction to the scope of the invention.

#### EXAMPLE 1

This is a reproduction of the results of a facility (see Figure 1) designed for treatment of 10,000 cubic metres of pig manure per year.

The homogenisation tank (1) is a 5 cubic metre tank supplied with liquid manure from a storage tank (2) in the stockbreeding operation at a rate of 1 cubic metre an hour.

On the 10th of January 1984, the MSG/MST index was 1.5, the dry material rate was 1.5% and the organic flocculant rate was 0.5%.

the form of a 600 g/l solution. The homogeneity of the liquid manure and its coagulant is ensured by a three-blade propeller agitator which rotates slowly (approx. 66 rpm).

From this homogenisation tank 40 litres of coagulated liquid manure head towards a 60 litre pre-flocculation tank (4) at the same time as 4 litres of water solution prepared on site (~~illegible~~) of 2.5 g/l of polyacrylamide flocculant. The agitation is performed by a three-blade propeller system turning at slow speed (50 – 80 rpm). After roughly half a minute's agitation and two minutes' rest the content of this pre-flocculation tank is abruptly poured into the flocculation reactor (2).

The flocculation reactor has a capacity of 600 litres. Its agitation is performed by a shaft device fitted with three three-blade propeller systems (Figure 2), the upper three-blade system being larger than the two others to ensure even and immediate incorporation of the sawdust into the preflocculated manure. The agitator rotates continuously at a slow speed of from 20 to 40 rpm. It does not insert air into the mixture. For 5 seconds each minute a hopper (Figure 1 ( )) pours a fine sawdust with its shavings removed by a 1 cm. mesh sieve into the reactor. A slowly rotating pump (also to safeguard the structure of the flocs formed) removes the content in 25 litre fractions which go towards the filtration-compression chamber. The operation is repeated every minute, matching the operating function of this chamber.

The compression chamber issues a solid with an average siccidity of 30% containing roughly 7 kg of total nitrogen (of which roughly half is ammonia nitrogen) 8 kg of  $P_2O_5$  and 2 kg of  $K_2O$  per 1000 kg of dry material. The filtrate is formed of a clear solution containing roughly 0.05% in weight of  $P_2O_5$ , 0.2% of  $K_2O$ , as well as 0.2% of nitrogen, in essentially ammonia form.

#### EXAMPLE 2 (Counter-example)

An attempt is made to have the system run without supplying ferric chloride from the homogenisation tank. The flocculation of the manure in the pre-flocculation tank can be seen to be unsatisfactory; the flocs are small, the separation between the solid phase and liquid phase is not clear. Providing sawdust improves the general appearance, but by means

#### EXAMPLE 3 (counter-example)

In the case of a system supplied with both aged manure and manure having received a liquefying treatment, an attempt is made to run this without coagulation with ferric chloride and without adding sawdust. The manure's propensity to flocculate is very inconstant and the sludges are practically unfilterable. There are frequent great rises in pressure in the filtration chamber, and the volumes of filtrate collected are very low. The filtration cloths get quickly clogged and the filtrate has a high colloidal matter content.

#### EXAMPLE 4 (counter-example)

An attempt is made to make the system run without supplying the flocculation tank with sawdust. The appearance of the flocculated manure is satisfactory, that is the flocs have a good size and the supernatant is clear. On the other hand, the filtration is unsatisfactory, the flocs do not withstand compression, so the solid material sticks to the cloths and clogs these quickly. If sawdust is reinserted fairly quickly after such an incident, the filtration improves and the cloths are cleaned alone without requiring any further intervention.

#### EXAMPLE 5 (counter-example)

The flocculation tank is equipped with a standard agitation system consisting of an anchor agitator. It is practically impossible to incorporate the sawdust uniformly in the mass of manure. Settling of the flocs takes place. The filter gets clogged, the pressure rises in the filtration chamber and the safety devices put the system out of circuit after a few cycles.

## CLAIMS

1. Procedure for coagulation and flocculation of liquid manure for separation of this in a filtration / compression system into a solid fraction and a liquid fraction, characterised in that the coagulation / flocculation is done by successively adding:

- ferric chloride, then
- an organic flocculant, then
- wood sawdust

2. Procedure for coagulation / flocculation of liquid manure according to claim 1, characterised in that the ferric chloride is used in the form of a solution at 600 g/l at a rate of 1.5 to 3 litres of solution per cubic metre of liquid manure to be treated, in which the organic flocculant is used at a rate of 200 to 400 g of active material per cubic metre of liquid manure to be treated in the form of a dilute aqueous solution, and in that wood sawdust, of a granulometry preferentially comprised between 100 and 500  $\mu\text{m}$ , is added at a rate of 10 to 30 kg. per cubic metre of liquid manure to be treated.

3. Procedure for coagulation / flocculation of liquid manure according to claims 1 or 2, characterised in that the organic flocculant is an acrylamide copolymer and a salt of (meth)acryloilalkylammonium, whose molecular weight is from 5 to  $20 \cdot 10^6$  daltons and cationicity from 25 to 45%.

4. Procedure for coagulation / flocculation of liquid manure according to claims 1 to 3, characterised in that the liquid manure coagulated by ferric chloride and pre-flocculated by the organic flocculant is inserted into a flocculation reactor equipped with an agitation system consisting of a shaft fitted with one or several three-bladed propellers and driven at a rotation speed of around half a turn to one turn per second.

5. A system for treating liquid manure for its separation into a solid phase and a filtrate, including:

- a homogenisation tank in which the ferric chloride is added;
- a pre-flocculation tank, in which the organic flocculant is added;
- a flocculation reactor supplied by the pre-flocculation tank, in which the sawdust



sufficiently slow agitation means to avoid destroying the structure of the flocs formed or being formed;

- a filtration-compression chamber;

6. A system for liquid manure treatment according to claim 5, characterised in that the flocculation reactor is fitted with an agitation system consisting of an agitator fitted with one or several three-blade propellers and driven at a rotation speed of around one half to one turn per second.

7. Application of the procedure according to claims 1 to 4, and implementation of a system according to claims 5 to 6, for the treatment of liquid pig manures.

8. Application of the procedure according to claims 1 to 4 and implementation of a system according to claims 5 to 6, for the treatment of duck manure.

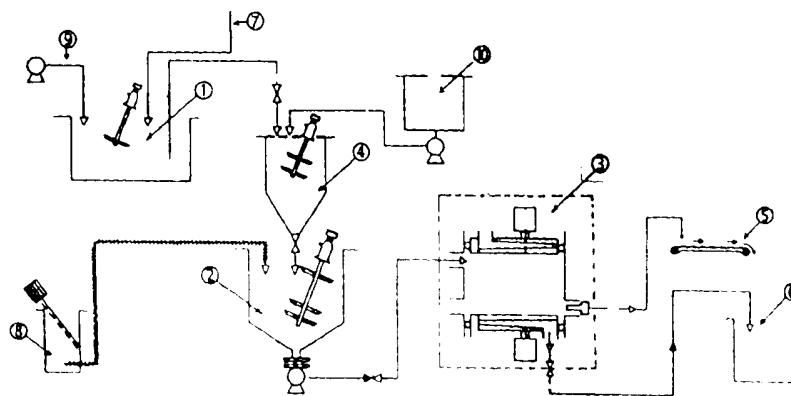


## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

<p>(51) Classification internationale des brevets <sup>1</sup> : <b>A01C 3/00, C05F 3/00, C02F 9/00</b></p>	<p><b>A1</b></p>	<p>(11) Numéro de publication internationale: <b>WO 00/02441</b></p> <p>(43) Date de publication internationale: 20 janvier 2000 (20.01.00)</p>
<p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR99/01544</p> <p>(22) Date de dépôt international: 28 juin 1999 (28.06.99)</p> <p>(30) Données relatives à la priorité: 98 08915 10 juillet 1998 (10.07.98) FR</p> <p>(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): GRANDE-PAROISSE S.A. [FR/FR]; 4-8, cours Michelet, F-92800 Puteaux (FR).</p> <p>(71) Déposant (US seulement): NEVEU, Geneviève (représentante légale de l'inventeur décédé) [FR/FR]; Résidence Défense 2000, 23, rue Louis Poney, F-92800 Puteaux (FR).</p> <p>(72) Inventeur: NEVEU, Bernard (décédé).</p> <p>(72) Inventeurs; et</p> <p>(75) Inventeurs/Déposants (US seulement): GOLLAIN, Cyril [FR/FR]; 5, Place Pinel, F-75013 Paris (FR). NORAIS, Marcel [FR/FR]; 9, rue de l'Eglise, F-22460 Uzel (FR).</p> <p>(74) Mandataire: HAICOUR, Philippe; ELF Atochem S.A., 4/8, cours Michelet, F-92091 Paris La Défense Cedex (FR).</p>		<p>(81) Etats désignés: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p><b>Publiée</b> <i>Avec rapport de recherche internationale.</i></p>

(54) Title: IMPROVED METHOD FOR SEPARATING LIQUID MANURE INTO A SOLID AND A FILTRATE

(54) Titre: PERFECTIONNEMENT DANS LA SEPARATION D'UN LISIER EN UN SOLIDE ET UN FILTRAT



## (57) Abstract

In a plant (figure 1) for liquid manure treatment by filtering-compression following coagulation-flocculation, the coagulation-flocculation phase is carried out by successively introducing ferric chloride, an organic flocculant such as polyacrylamide and sawdust. It is preferable to sequentially mix small amounts of manure with added flocculant and sawdust with a larger amount of already flocculated manure, and to use a slow agitation system consisting of three blades rotating in a shaft, and by effluent recirculation. The solid residue is then filtered and the filtrate is treated in a final tank before being discharged.

# 57) Abrégé

Dans une installation de traitement (figure 1) de lisier par filtration-compression après coagulation-floculation, la phase de coagulation-floculation est réalisée par introduction successive de chlorure ferrique, d'un floculant organique de type polyacrylamide et de sciure de bois. Il est préférable de mélanger séquentiellement de petites quantités de lisier additivé de floculant et de sciure de bois à une plus importante quantité de lisier déjà floculé et d'utiliser un système d'agitation lente constitué par des tripales tournant à environ un demi tour à un tour par seconde. L'invention s'applique en particulier au traitement au lisier du porc ou de canard.

## UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovenie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Senegal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	Republique de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	MU	Maurice	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité et Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UA	Ukraine
BR	Bresil	IS	Islande	MW	Malawi	UG	Ouganda
BY	Biélorussie	IT	Italie	MX	Mexique	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	JP	Japon	NF	Niger	UZ	Ouzbékistan
CF	Republique centrafricaine	KE	Kenya	NI	Nicaragua	VN	Viet Nam
CG	Congo	KG	Kirghizistan	NO	Norvège	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KP	République populaire de Corée	NZ	Nouvelle Zélande	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire						

PERFECTIONNEMENT DANS LA SEPARATION D'UN LISIER EN UN SOLIDE ET  
UN FILTRAT

La présente invention a trait au domaine du traitement des déjections  
5 animales produites dans les élevages hors sol, et plus particulièrement des lisiers.

C'est un perfectionnement au traitement des lisiers produits en abondance par les installations d'élevage intensif, en particulier des porcs et des canards, l'évacuation desquels constituent un problème d'autant plus préoccupant que les terres agricoles environnantes sont devenues incapables de les recevoir comme engrais ou amendement sans risque de pollution important pour l'environnement.

Les lisiers sont composés de matières solides et colloïdales fermentescibles en suspension dans une solution aqueuse diluée de sels minéraux et de composés organiques dont le traitement passe avantageusement, dans une première étape, par la séparation de la phase solide de la fraction liquide. Divers matériels de filtration ont été utilisés à cette fin, pour la plupart des filtres à bandes ou des filtres à pression. A cette dernière catégorie appartient le système Ecoliz®, un dispositif de filtration semi-continue, dont les principes de fonctionnement et de réalisation ont été décrits dans les demandes de brevets français publiées sous les No. FR-A-2718054 et FR -A-2755034. On en rappelle brièvement les grands traits.

20 Une installation mettant en œuvre le système Ecoliz® comprend (voir figure  
1) :

- un bac d'homogénéisation ① alimenté en lisier brut à traiter à partir des cuves de stockage ⑦ de l'exploitation d'élevage,
- un réacteur de floculation ② et ses annexes,
- une chambre de filtration-compression ③.

Les gâteaux de filtration sont évacués ⑤ vers une aire de stockage couverte pour séchage naturel et/ou compostage avant exportation hors de la zone d'élevage. et le filtrat est stocké dans une ou plusieurs lagunes ⑥ en vue de son utilisation ultérieure en irrigation fertilisante sur les terres agricoles situées à proximité de l'exploitation d'élevage.

La chambre de filtration-compression est équipée d'un dispositif original dit piston-filtre, opérant dans une double configuration : une configuration filtration dans laquelle le lisier floculé est soumis à légère compression entre deux pistons équipés de toiles filtrantes ; une configuration évacuation dans laquelle le gâteau de filtration est éjecté et les parties filtrantes nettoyées par raclage. Pour les détails d'un tel

finesse de la majeure partie des particules solides, un pré-traitement de floculation s'avère indispensable pour accroître la taille moyenne et la vitesse de sédimentation des particules en suspension dans la phase liquide et faciliter ainsi la séparation des phases lors de l'étape de filtration.

5 Dans les cas les plus favorables, notamment lorsqu'on traite un lisier frais non additivé d'agents liquéfiantes et comportant une proportion suffisante de matières solides fibreuses, l'ajout d'un agent floculant à base de polyacrylamides, de cationicité moyenne ou faible et de poids moléculaire moyen, s'avère suffisant pour obtenir une floculation de bonne qualité propice à la filtration.

10 En revanche, lorsque l'on est amené à traiter en direct des lisiers provenant d'ateliers d'élevage dont les conditions varient (par exemple, phases de maternité/post-sevrage/engraissement pour l'élevage des porcs, âge des volatiles, saison pour celui des canards), et/ou additivés d'agents liquéfiantes (destinés à favoriser la désagrégation et la digestion par les micro-organismes des particules organiques  
15 grossières afin d'éviter leur décantation dans les fosses des bâtiments d'élevage), et/ou stockés dans des conditions plus ou moins bien contrôlées et pendant des délais plus ou moins prolongés, un tel traitement reste nécessaire, mais il s'avère insuffisant pour garantir une bonne filtration. En effet, la faible quantité de matières solides de granulométrie grossière et, en corollaire, la forte proportion de matières  
20 colloïdales que l'on rencontre dans les lisiers ayant subi ce type de traitement ne permettent pas, par ce seul moyen, d'obtenir des floccs de bonne qualité, ce qui conduit, d'une part, à la formation d'un gâteau de filtration collant et difficile à essorer par compression mécanique et, d'autre part, à l'obtention d'un filtrat fortement chargé en matières colloïdales.

25 La demanderesse a mis en évidence que les conséquences néfastes sur la productivité de l'étape de filtration engendrées par la forte variabilité des caractéristiques physico-chimiques des lisiers à traiter, à laquelle on se trouve fréquemment confronté dans les conditions réelles d'exploitation des élevages, pouvaient être corrigées moyennant la mise en œuvre combinée des moyens suivants :

30 - addition de chlorure ferrique au lisier brut en provenance des fosses des bâtiments d'élevage, au fur et à mesure de son alimentation dans le bac d'homogénéisation ;

- mélange, de façon semi-continue, de floculant organique cationique au lisier additivé de chlorure ferrique dans un bac de pré-floculation placé entre le bac  
35 d'homogénéisation et le réacteur de floculation ;

pré-floculé et des matières fibreuses ajoutées à la masse du mélange en cours de floculation.

Le chlorure ferrique fonctionne comme coagulant. Il est utilisé sous la forme d'une solution aqueuse, à raison de 0,2 à 0,25 %  $\text{Cl}_3\text{Fe}$  par rapport au lisier, préférentiellement en solution aqueuse à environ 600 g par litre, soit approximativement 1,5 à 3 litres de solution par  $\text{m}^3$  de lisier brut à traiter. On a testé d'autres coagulants minéraux, parmi lesquels les produits habituellement utilisés pour le conditionnement des boues, sulfate d'aluminium, chlorosulfate ferrique, chlorure et polychlorures d'aluminium. Ces produits présentent tous un rapport efficacité / coût moins intéressant que le chlorure ferrique, lequel leur est de loin préféré.

En ce qui concerne les floculants organiques, les meilleurs résultats ont été obtenus en utilisant des copolymères d'acrylamide de cationicité moyenne et de poids moléculaire moyen, par exemple ceux de la gamme ZETAG<sup>®</sup>, produits commercialisés par la société Allied Colloids. Ce sont des copolymères d'acrylamide et d'un sel de (méth)acryloylalkylammonium, la cationicité des copolymères étant exprimée par la proportion pondérale de (méth)acryloylalkylammonium dans le copolymère. Au sens de la présente invention, poids moléculaire moyen s'entend de copolymères de masse moléculaire de 5 à  $20 \cdot 10^6$  daltons et cationicité moyenne d'une cationicité de 25 à 45 %.

L'addition de floculant est effectuée sous la forme d'une solution aqueuse diluée, par exemple à 0,2 à 0,5 %, à raison d'environ 200 à 400 g de matière active par  $\text{m}^3$  de lisier à traiter.

On opère avantageusement le mélange du lisier additivé de chlorure ferrique et de solution de floculant dans une petite capacité de mélange (bac de pré-floculation - ④, figure 1) surmontant la cuve de floculation et munie d'un système d'agitation lente, de type double tripale. Il est d'usage, dans le traitement des eaux, d'opérer une telle addition par injection directe de la solution floculante dans la ligne d'alimentation. Avec le lisier, une telle pratique aboutit inmanquablement au bouchage de la canalisation. Le contenu du bac de pré-floculation est déversé brutalement dans le réacteur de floculation où, après quelques instants d'homogénéisation, on déverse de la matière fibreuse en pluie fine.

En ce qui concerne la matière fibreuse introduite avec le lisier pré-floculé dans le réacteur de floculation, on peut utiliser de la paille hachée, des écorces de grains de blé, des rafles de maïs. Les résultats les plus probants ont été obtenus avec des sciures de bois de granulométrie comprise entre 100 et 500  $\mu\text{m}$ , à raison

sortant de la chambre de filtration-compression. Il s'agit d'une action de courte durée, les filtres se colmatant après quelques dizaines de cycles de fonctionnement.

Le réacteur de floculation est muni d'un agitateur dont la fonction est d'assurer la répartition homogène des réactifs sans détruire mécaniquement les floccs en formation, ni introduire d'air dans le mélange. Le moyen d'agitation à ce niveau est en effet un facteur important du procédé, une bonne structuration des floccs étant nécessaire au fonctionnement de la cellule de filtration compression sans incident de colmatage. Le dispositif préféré est un arbre équipé de plusieurs tripales (Figure 2), et animé d'une vitesse de rotation lente de l'ordre d'un demi-tour à un tour par seconde. Il a aussi l'avantage de permettre une incorporation intime de la sciure dans le mélange malgré sa très faible densité apparente.

La quantité de sciure à utiliser est ajustée en fonction de la teneur en matière sèche du lisier. On a observé que dans la majorité des cas, on pouvait prédire l'aptitude du lisier à la floculation et à la filtration par comparaison d'un indice égal au rapport de sa matière sèche grossière MSG, retenue au tamis de 100 µm, à l'extrait sec ou matière sèche totale MST. L'échelle MGT/MST fournie ci-après est un indicateur purement qualitatif.

MSG / MST	Floculation / filtrabilité
40%	Très bonnes à bonnes
25%	Bonnes à mauvaises
10%	Mauvaises à nulles

Il est étonnant que ce comportement soit quasi indépendant du taux de matière sèche lui-même : un lisier qui floccule correctement, continue à flocculer après avoir été simplement dilué. Mais c'est aussi la raison pour laquelle une simple correction par addition de matière fibreuse est industriellement inapplicable, l'indice MSG/MST variant continuellement dans un élevage en fonction de l'alimentation du bétail, de son âge, de la saison.

C'est une sorte d'effet synergique qui se manifeste par la mise en œuvre des trois facteurs de contrôle de l'invention, chlorure ferrique, floculant organique et matière fibreuse (pratiquement sciure de bois), qui a pour effet de mettre l'installation dans des conditions stables et robustes de fonctionnement.

Le bac d'homogénéisation, le bac de pré-floculation, le réacteur de floculation et la chambre de filtration-compression sont alimentés par des pompes doseu-

- supérieurs à 30 minutes pour la coagulation par le chlorure ferrique dans le bac d'homogénéisation,

- de 2 à 3 minutes dans le bac de pré-floculation, dont les premières 30 secondes sous agitation

5 - de 20 à 25 minutes dans le réacteur de floculation.

Les exemples qui suivent feront mieux apprécier l'invention. Ils traitent de la séparation de lisier de porc, mais peuvent se transposer au lisier de canard, et de façon générale à tout autre lisier de consistance comparable, de mammifères ou de volailles, sans restriction de la portée de l'invention.

10

### EXEMPLE 1

On reproduit ici les résultats d'une installation (voir figure 1) conçue pour le traitement de 10 000 m<sup>3</sup> par an de lisier de porc.

15 Le bac d'homogénéisation ① est un bac de 5 m<sup>3</sup> alimenté en lisier à partir de la cuve de stockage ⑦ de l'exploitation d'élevage à raison de 1 m<sup>3</sup> toutes les heures. Chaque alimentation en lisier est suivie de l'introduction ⑨ de 2 litres de chlorure ferrique, sous forme d'une solution à 600 g/l. L'homogénéité du lisier et de son coagulant est assurée par un agitateur tripale en rotation lente (env. 66 tr./min.).

20 Depuis ce bac d'homogénéisation, 40 litres de lisier coagulé sont envoyés dans un bac de pré-floculation ④ de 50 litres, en même temps que 4 litres de solution aqueuse préparée sur place ⑩ à 2,5 g/l de floculant polyacrylamide. L'agitation en est assurée par un système tripale tournant à vitesse lente (50 à 80 tr/min). Après environ une demi-minute d'agitation et deux minutes de repos, le contenu de ce bac de pré-floculation est déversé brutalement dans le réacteur de floculation ②.

25 Le réacteur de floculation a une capacité de 600 litres. Son agitation est réalisée par un dispositif à arbre muni de trois tripales (figure 2), le tripale supérieur étant de dimensions supérieures aux deux autres pour assurer l'incorporation homogène et immédiate de la sciure dans le lisier pré-floculé. L'agitateur tourne en permanence à la vitesse lente de 20 à 40 tr/min. Il n'introduit pas d'air dans le mélange.

30 Une trémie (figure 1 ⑥) y déverse, durant 5 secondes toutes les minutes, de la sciure fine dont les copeaux ont été éliminés par passage simplement sur une grille à mailles de 1 cm. Une pompe à rotation lente (toujours pour sauvegarder la structure des floes formés) en prélève le contenu par fractions de 25 litres qui sont dirigés vers la chambre de filtration-compression. L'opération se répète toutes les

35 minutes, ce qui correspond au cycle de fonctionnement de cette chambre.



est constitué d'une solution claire contenant environ 0,05 % en poids de  $P_2O_5$ , 0,2 % de  $K_2O$ , ainsi que 0,2 % d'azote, sous forme essentiellement ammoniacale.

#### **EXEMPLE 2 (contre-exemple)**

5        On tente de faire fonctionner l'installation sans alimentation du bac d'homogénéisation en chlorure ferrique. On observe que la floculation du lisier dans le bac de pré-floculation est peu satisfaisante : les floes sont petits, la démixtion entre phase solide et liquide n'est pas nette. L'apport de sciure améliore l'aspect général, mais au prix d'un surdosage important (6 à 10 %), le filtrat recueilli à sortie de la  
10        chambre de filtration-compression est trouble et la siccité du gâteau est faible (20%).

#### **EXEMPLE 3 (contre-exemple)**

      On tente, dans le cas d'une installation alimentée en lisier tantôt vieilli, tantôt ayant reçu un traitement liquéfiant de la faire fonctionner sans coagulation au  
15        chlorure ferrique ni ajout de sciure. L'aptitude du lisier à la floculation est très inconstante et les boues sont pratiquement infiltrables. On subit très souvent une montée en pression importante dans la chambre de filtration, alors que les volumes de filtrat recueillis sont très faibles. Les toiles de filtration se colmatent rapidement et le filtrat est très chargé en matières colloïdales.

20

#### **EXEMPLE 4 (contre-exemple)**

      On tente de faire fonctionner l'installation sans alimenter le bac de floculation en sciure. L'aspect du lisier floculé est satisfaisant, c'est-à-dire que les floes apparaissent de bonne taille et le surnageant est clair. En revanche, la filtration est insa-  
25        tisfaisante, les floes ne résistent pas à la compression, de sorte que les matières solides adhèrent aux toiles et les colmatent rapidement. Si on réintroduit assez tôt de la sciure après un tel incident, la filtration s'améliore et les toiles se nettoient seules sans plus d'intervention.

30

#### **EXEMPLE 5 (contre-exemple)**

      Le bac de floculation est équipé d'un système standard d'agitation constitué d'un agitateur à ancre. Il est pratiquement impossible d'incorporer la sciure de façon homogène dans la masse de lisier. Il a décantation des floes. Le filtre se colmate, la pression monte dans la chambre de filtration et les sécurités mettent l'appareil hors  
35        circuit après quelques cycles.

## REVENDECATIONS

1. Procédé de coagulation et de floculation de lisier en vue de sa séparation dans une installation de filtration-compression en une fraction solide et une fraction  
5 liquide, caractérisé en ce que la coagulation / floculation est obtenue par additions successives

- de chlorure ferrique, puis
- d'un flocculant organique, puis
- de sciure de bois.

10

2. Procédé de coagulation / floculation de lisier selon la revendication 1, caractérisé en ce que le chlorure ferrique est utilisé sous la forme d'une solution à 600 g/l à raison de 1,5 à 3 litres de solution par m<sup>3</sup> de lisier à traiter, en ce que le flocculant organique est utilisé à raison de 200 à 400 g de matière active par m<sup>3</sup> de  
15 lisier à traiter sous forme d'une solution aqueuse diluée, et en ce que la sciure de bois, de granulométrie de préférence comprise entre 100 et 500 µm, est ajoutée à raison de 10 à 30 kg par m<sup>3</sup> de lisier à traiter.

3. Procédé de coagulation / floculation de lisier selon les revendications 1 ou  
20 2, caractérisé en ce que le flocculant organique est un copolymère d'acrylamide et d'un sel de (méth)acryloylalkylammonium dont, dont le poids moléculaire est de 5 à 20.10<sup>6</sup> daltons et la cationicité de 25 à 45 %.

4. Procédé de coagulation / floculation de lisier selon les revendications 1 à  
25 3, caractérisé en ce que le lisier coagulé par le chlorure ferrique et pré-floculé par le flocculant organique est introduit dans un réacteur de floculation équipé d'un système d'agitation constitué d'un arbre muni d'un ou de plusieurs tripales et animé d'une vitesse de rotation d'environ un demi-tour à un tour par seconde.

5. Une installation de traitement de lisier pour sa séparation entre une phase solide et un filtrat, comprenant

- un bac d'homogénéisation dans lequel est ajouté le chlorure ferrique,
- un bac de pré-floculation, dans lequel est ajouté le flocculant organique,
- un réacteur de floculation alimenté par la bac de pré-floculation, dans  
35 lequel est également ajoutée la sciure de bois.

6. Une installation de traitement de lisier selon la revendication 5, caractérisée en ce que le réacteur de floculation est équipé d'un système d'agitation constitué d'un agitateur muni de un ou plusieurs tripales et animé d'une vitesse de rotation d'environ un demi-tour à un tour par seconde.

5

7. Application du procédé selon les revendications 1 à 4, et mise en œuvre d'une installation selon les revendications 5 à 6, pour le traitement des lisiers de porc.

10

8. Application du procédé selon les revendications 1 à 4, et mise en œuvre d'une installation selon les revendications 5 à 6, pour le traitement des lisiers de canard.

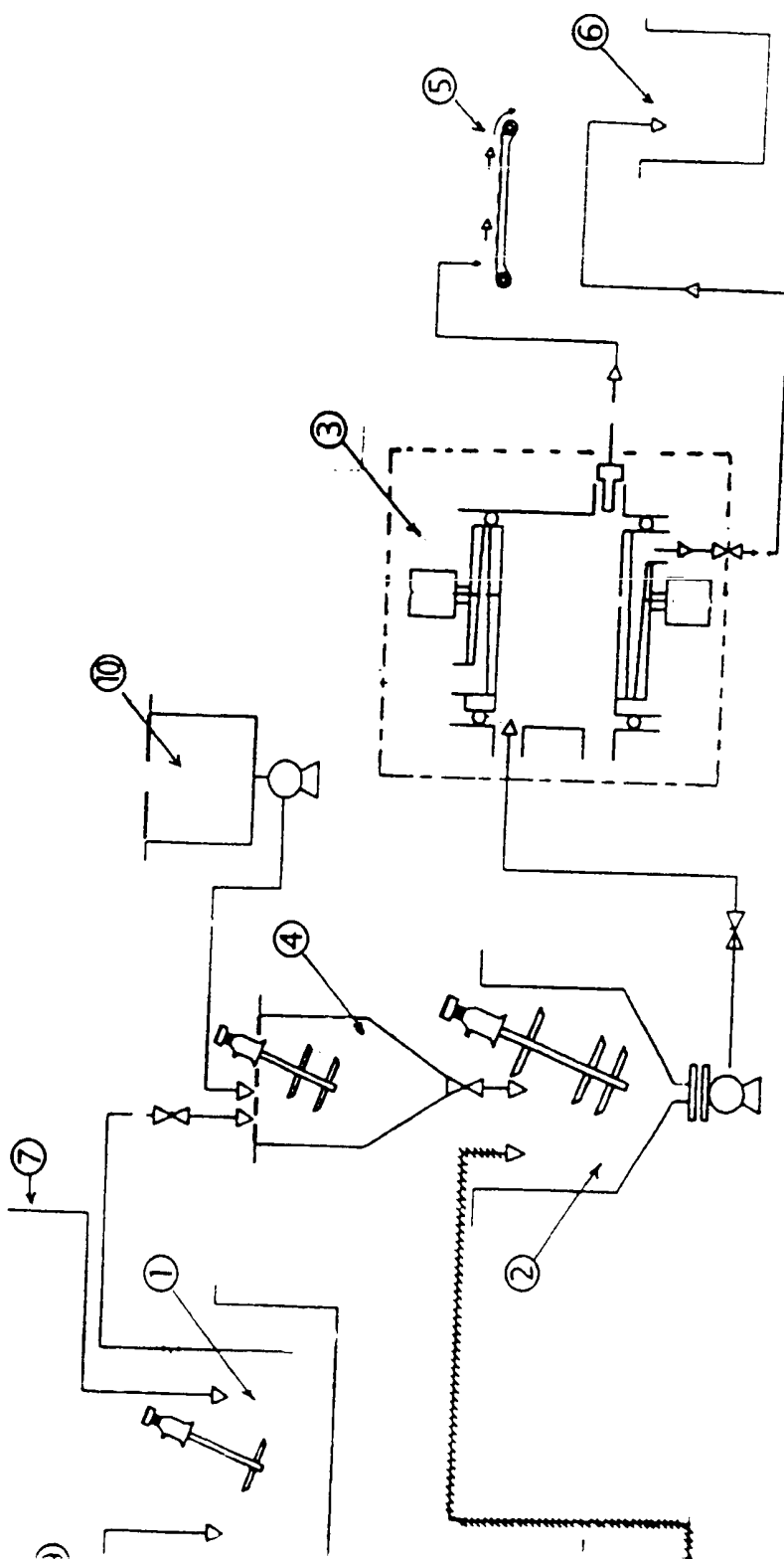
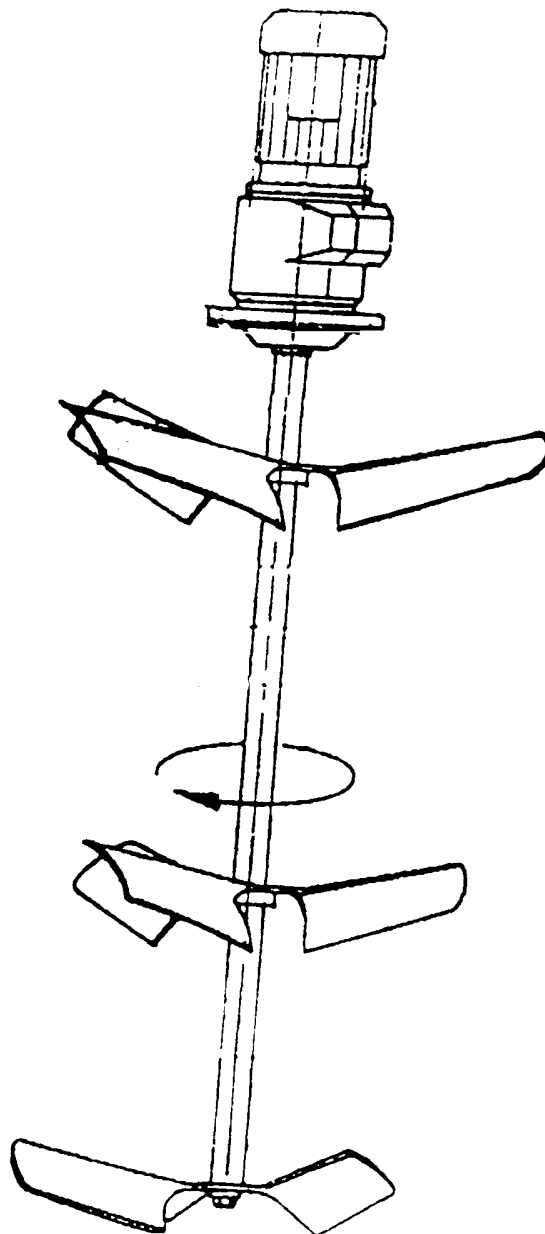


Figure 1



PCT/FR 99/01544

IPC 7 A01C3/00 C05F3/00 C02F9/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC.

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 A01C C05F C02F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched.

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	FR 2 340 278 A (TATABANYAI SZENBANYAK) 2 September 1977 (1977-09-02)	1
A	the whole document ---	5
Y	FR 2 414 485 A (BAECK ENGINEERING) 10 August 1979 (1979-08-10)	1
A	page 1, line 18 -page 5, line 25; figures 1-3 ---	2,4-6
A	EP 0 165 004 A (FIELD) 18 December 1985 (1985-12-18) page 3, line 22 -page 9, line 10 ---	1,3
A	DE 41 14 370 A (FISCHER) 5 November 1992 (1992-11-05) page 3, line 44-50 ---	1.2
	---	

-/--

☒ Further documents are listed in the continuation of box

† Adult family members are listed in appendix.

## Special categories of cited documents

4. document defining the general state of the art which may not be considered to be of particular relevance
5. earlier document but published on or after the international filing date
6. document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
7. document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
8. document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- If the document published after the international filing date, priority date, and not in conflict with the application published to understand the principle of "theory" underlying the invention.
- Document of particular relevance, the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone.
- Document of particular relevance, the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- Document member of the same patent family.

Date of the 1/23 completion of the interview: 11/20/2018

1. The first step is to identify the problem or question that needs to be answered. This involves understanding the context and the specific requirements of the task.

$\frac{1}{2} \left( \frac{1}{2} \right) = \frac{1}{4}$

Vermander, R.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internat'l Application No

PCT/FR 99/01544

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No
A	DE 39 27 486 A (BARTHELMMESS) 21 February 1991 (1991-02-21) the whole document ----	1,2
A	FR 2 648 309 A (SOGVAL) 21 December 1990 (1990-12-21) page 6, line 24 -page 15, line 22 -----	1,3

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Internal Application No

PCT/TR 99/01544

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
FR 2340278	A	02-09-1977	CS 191330 B	29-06-1979
			DE 2703842 A	11-08-1977
			IT 1080318 B	16-05-1985
FR 2414485	A	10-08-1979	BE 872719 A	30-03-1979
			BE 877792 A	16-11-1979
			CS 210681 B	29-01-1982
			DE 2900930 A	19-07-1979
			ES 476806 A	01-06-1979
			GB 2014124 A,B	22-08-1979
			IT 1166577 B	05-05-1987
			NL 7900224 A	16-07-1979
EP 165004	A	18-12-1985	NONE	
DE 4114370	A	05-11-1992	NONE	
DE 3927486	A	21-02-1991	NONE	
FR 2648309	A	21-12-1990	NONE	



# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No

PCT/FR 99/01544

## A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

CIB 7 A01C3/00 C05F3/00 C02F9/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 A01C C05F C02F

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents no. des revendications visées

Y	FR 2 340 278 A (TATABANYAI SZENBANYAK) 2 septembre 1977 (1977-09-02)	1
A	le document en entier ---	5
Y	FR 2 414 485 A (BAECK ENGINEERING) 10 août 1979 (1979-08-10)	1
A	page 1, ligne 18 -page 5, ligne 25; figures 1-3 ---	2,4-6
A	EP 0 165 004 A (FIELD) 18 décembre 1985 (1985-12-18) page 3, ligne 22 -page 9, ligne 10 ---	1,3
A	DE 41 14 370 A (FISCHER) 5 novembre 1992 (1992-11-05) page 3, ligne 44-50 ---	1,2

-/--

☒ Voir la suite du rapport pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

Catégories spéciales de documents cités

- A. document patentant l'état général de la technique et considéré comme prioritairement pertinent
- B. document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- C. document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- D. document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- E. document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- \* document antérieur publié après la date de dépôt international, ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre la priorité ou la théorie constituant la base de l'invention
- \* document particulièrement pertinent, l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré, solement
- \* document particulièrement pertinent, l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- \* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

Service de la recherche internationale  
Bureau de la recherche internationale  
Case postale 101 340 Zurich

Vermander, R

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demar internationale No

PCT/FR 99/01544

## C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Categorie	Identification des documents cites, avec, le cas echeant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visees
A	DE 39 27 486 A (BARTHELMLESS) 21 février 1991 (1991-02-21) le document en entier -----	1,2
A	FR 2 648 309 A (SOGÉVAL) 21 décembre 1990 (1990-12-21) page 6, ligne 24 -page 15, ligne 22 -----	1,3

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs au nombre de familles de brevets

Demar internationale No

PCT/FR 99/01544

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membres(s) de la famille de brevets)	Date de publication
FR 2340278	A	02-09-1977	CS 191330 B	29-06-1979
			DE 2703842 A	11-08-1977
			IT 1080318 B	16-05-1985
FR 2414485	A	10-08-1979	BE 872719 A	30-03-1979
			BE 877792 A	16-11-1979
			CS 210681 B	29-01-1982
			DE 2900930 A	19-07-1979
			ES 476806 A	01-06-1979
			GB 2014124 A, B	22-08-1979
			IT 1166577 B	05-05-1987
			NL 7900224 A	16-07-1979
EP 165004	A	18-12-1985	AUCUN	
DE 4114370	A	05-11-1992	AUCUN	
DE 3927486	A	21-02-1991	AUCUN	
FR 2648309	A	21-12-1990	AUCUN	